

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2001-226174  
(P2001-226174A)

(43)公開日 平成13年8月21日(2001.8.21)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>*</sup> (参考)
C 0 4 B 38/06		C 0 4 B 38/06	G 4 G 0 0 1
35/573		38/00	3 0 4 A
38/00	3 0 4	41/85	C
41/85		41/88	U
41/88		35/56	1 0 1 U

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願2000-40970(P2000-40970)

(22)出願日 平成12年2月18日(2000.2.18)

(71)出願人 301000011

経済産業省産業技術総合研究所長  
東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(71)出願人 597158724

谷 英治  
佐賀県鳥栖市元町1270-15

(72)発明者 谷 英治

佐賀県鳥栖市元町1270-15

Fターム(参考) 4G001 BA60 BA62 BA78 BA85 BB22  
BC22 BC33 BC47 BC54 BD01  
BD02 BD07 BE31

(54)【発明の名称】 炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造材の製造方法

(57)【要約】

【課題】 段ボール等の多孔質構造体の形状を保った炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材を容易に製造する方法を提供する。

【解決手段】 段ボール等の紙類、木材、織布、不織布或いはプラスチック等の多孔質構造体の有形骨格に、樹脂及びシリコン粉末を含んだスラリーを含浸後、不活性雰囲気下で900～1350℃で炭素化する。得られた炭素化多孔質構造材を、真空或いは不活性雰囲気下において、1350℃以上の温度で反応焼結させ、それにより、熔融シリコンとの濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、体積減少反応に起因する開気孔を生成させ、最終的には、真空或いは不活性化雰囲気下において、1300～1800℃の温度で、この多孔質構造体にシリコンを熔融含浸することにより炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材を製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】不活性雰囲気下での焼成後に炭素が残存し、その形状を保持する多孔質構造体の有形骨格に、炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを含浸させた後、不活性雰囲気下において900～1350℃で炭素化し、得られた炭素化多孔質構造体を、真空或いは不活性雰囲気下において、1350℃以上の温度で反応焼結させることにより、熔融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、体積減少反応に起因する開気孔を生成させ、最終的には、真空或いは不活性化雰囲気下において、1300～1800℃の温度で、この多孔質構造体にシリコンを溶融含浸することを特徴とする炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法。

【請求項2】多孔質構造体の有形骨格を構成する材料として、段ボール若しくは厚紙等の紙類、木材、藁若しくは竹等の植物類、織布、不織布、或いはスポンジ形状やシート状の多孔質プラスチックを用いることを特徴とする請求項1に記載の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法。

【請求項3】多孔質構造体の有形骨格に含浸させる樹脂類として、フェノール樹脂、フラン樹脂及び有機金属ポリマーから選ばれた少なくとも1種を用いることを特徴とする請求項1に記載の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、二段反応焼結により段ボール等で成形したままの形状を保持した炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体を製造する方法に関するものであり、更に具体的には、高温構造部材、熱交換器、断熱材、高温用フィルター、炉内部材等の多くの用途に適する耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】炭化ケイ素系セラミックスは、軽量で、耐熱性、耐磨耗性、耐食性などに優れていることから、近年、例えば、高温耐食部材、ヒーター材、耐磨耗部材や、更には、研削材、砥石などの用途に幅広く用いられている。この炭化ケイ素系セラミックスは、主に焼結技術により製造されているため、緻密な塊状で使われており、所要の形状や構造を有するフィルター、ハニカム形状等の軽量多孔質構造体としての実用化までには至っていない。

【0003】最近では、このような耐熱性軽量多孔質セラミックスの研究が行われはじめている。例えば、触媒担体として使用される低熱膨張のコーディエライト質ハニカムセラミックスは、押出成形後、焼結法で得られており、実用化されている。炭素系では、木材を利用したウッドセラミックスがあるが、これは耐酸化性に劣って

いる。また、それらの他に次のような報告もある。

(1)炭化ケイ素では、可児らが、大粒の炭化ケイ素粉末に炭素粉末を混合したものを成形し、シリコンの溶融含浸を行って、気孔率35%程度の焼結体を得ている(日本セラミックス協会学術論文誌、99巻、p.63-67、1991年)。

(2)Siberらは、段ボールにSi或いはSi/Al混合粉末と有機ケイ素ポリマー(polymethylsiloxane)の混合スラリーの含浸/乾燥を3回繰り返した後、1450℃の不活性雰囲気下、或いは窒素雰囲気下で焼成し、収縮率の小さい段ボールの形状を保持したSi-A1-O-C或いはSi-A1-N-Cセラミックスを得ている(米国セラミックス協会第101回年会、1999年)。

【0004】しかしながら、前記(1)の方法は、炭化ケイ素の圧粉体を用いるので、複雑な形状を容易に形成できないし、気孔率も段ボール等の形状とは異なり、35%程度である。また、前記(2)の方法は、複雑形状のものも容易に製造しうるが、紙上にあるSi或いはSiとAl粉末と炭素或いは窒素との反応焼結を利用している。この方法では、段ボールの表面上に塗布されるSi或いはAl粉末の分散状態により、紙上のセラミックスの厚みが不均一になり、強度的に弱く、段ボールを積層した場合、層間の結合強度も弱くなることが考えられる。一方、段ボールのみを炭素化後、シリコンを溶融含浸する方法も考えられるが、後述する比較例1のように、炭素化後の収縮が大きく、また、非常に脆いので何らかの補強をしなければ破損しやすいなどの問題がある。

【0005】本発明者は、繊維強化炭化ケイ素複合材の製造方法の研究において、シリコンの溶融含浸法ではシリコンが系外より加わるので、体積増加の反応となり、フェノール樹脂の炭素化による緻密なアモルファス炭素のみのマトリックスは、溶融シリコンとほとんど反応しないが、シリコン粉末とフェノール樹脂の混合物が反応焼結(体積減少反応)して生成した溶融シリコンとの濡れ性のよい炭化ケイ素と、ポーラスな残留アモルファス炭素のマトリックスには、溶融シリコンが容易に浸透し、反応することを見いだした(特願平11-201388号)。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような知見に基づいて、従来の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材の製造における各種欠点を克服し、多孔質構造体の有形骨格に成形したままの形状を保持させて、複雑な形状のものでも容易に製造可能にした炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法を提供するものである。

【0007】すなわち、本発明者は、炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材の製造方法について鋭意研究を重ねた結果、紙等の多孔質構造体の有形骨格にシリコン粉末と樹

脂を含浸させ、シリコン粉末と樹脂及び上記構造体からの炭素との体積減少を伴った炭化ケイ素生成反応により、ポーラスな炭化ケイ素、残留炭素部分を生成させ、このポーラスな骨格部分にシリコンの溶融含浸を行うことにより、炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材を、複雑な形状のものであっても、容易に多孔質構造体の有形骨格の形状を保ったまま製造し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】上記により完成した本発明の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質構造体の製造方法は、不活性雰囲気下での焼成後に炭素が残存し、その形状を保持する多孔質構造体の有形骨格に、炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを含浸させた後、不活性雰囲気下において900～1350℃で炭素化し、得られた炭素化多孔質構造体を、真空或いは不活性雰囲気下において、1350℃以上の温度で反応焼結させることにより、溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、体積減少反応に起因する開気孔を生成させ、最終的には、真空或いは不活性化雰囲気下において、1300～1800℃の温度で、この多孔質構造体にシリコンを溶融含浸することの特徴とするものである。このような本発明の方法によれば、複雑形状の大型構造体でも容易に製造できるし、かつ、多孔質構造体の加工も、炭素化後に行えば、容易に行うことができる。

【0009】上記方法において用いる多孔質構造体の有形骨格を構成する材料としては、スラリーを保持して炭素化できる多孔質構造体が望ましく、この多孔質構造体を構成する材料としては、段ボール若しくは厚紙等の紙類、木材、藁若しくは竹等の植物類、炭素若しくは炭化ケイ素の織布または不織布、或いはスポンジ形状やシート状の多孔質プラスチック等が適している。

【0010】また、上記方法において多孔質構造体の有形骨格に含浸させる炭素源としての樹脂類には、フェノール樹脂、フラン樹脂あるいはポリカルボシラン等の有機金属ポリマーが好ましいものとして挙げられる。これらの樹脂類は、その1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよく、さらに、炭素粉末、黒鉛粉末、カーボンブラックや、骨材、或いは酸化防止剤として炭化ケイ素、窒化ケイ素、ムライト、ニケイ化モリブデン、炭化ホウ素、ホウ素粉末等を添加してもよい。上記方法において用いるシリコンは、純シリコン金属でもよいし、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオブウム、モリブデン等のシリコン合金あるいは混合物でもよい。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】次に、本発明方法の好適な実施形態について説明する。本発明の方法においては、まず、

溶解した炭素源としてのフェノール樹脂等とシリコン粉末とを混合したスラリーを、段ボール等の多孔質構造体に塗布し、あるいはそのスラリーに多孔質構造体を浸し、所定の形状に整えて乾燥する。上記多孔質構造体は、不活性雰囲気下での焼成後に炭素が残存し、その形状を保持して有形骨格を構成するものであり、前述したように、段ボール若しくは厚紙等の紙類、木材、藁若しくは竹等の植物類、織布、不織布、或いはスポンジ形状やシート状の多孔質プラスチックを用いることができる。また、多孔質構造体の有形骨格に含浸させる樹脂類として、フェノール樹脂、フラン樹脂及び有機金属ポリマーから選ばれた少なくとも1種を用いることができる。さらに、炭化ケイ素の生成に用いる上記シリコン粉末としては、微粉末が適しており、特に平均粒径が20μm以下の微粉末が好適である。粒径が大きなものは、ボールミル等により粉碎して微粉化すればよい。

【0012】次に、このようにして得られた多孔質構造体を、アルゴンなどの不活性雰囲気下で、900～1350℃程度の温度において炭素化する。これによって得られた炭素化複合体においては、多孔質構造体の有形骨格が、構造体の熱分解による炭素と、フェノール樹脂の炭素化による炭素部分と、シリコン粉末とが混ざりあって形成されている。また、このフェノール樹脂による炭素が、構造体の骨格部分の補強をするので、炭素化した多孔質構造体は加工可能な強度がある。

【0013】この炭素化した多孔質構造体を、真空あるいはアルゴンなどの不活性雰囲気下で1350℃以上の温度において焼成処理し、炭素とシリコンとを反応させて、溶融シリコンと濡れ性のよいポーラスな炭化ケイ素を構造体の有形骨格上に形成させる。同時に、この反応が体積減少反応であるため、その体積減少反応に起因する開気孔が生成される。その結果、マトリックス部が、気孔を有する炭化ケイ素及び残留炭素により形成される。

【0014】次に、この多孔質構造体を、真空或いは不活性化雰囲気下において1300～1800℃程度の温度に加熱し、骨格上にあるポーラスな炭化ケイ素と炭素部分にシリコンを溶融含浸することにより、炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質材が得られる。なお、シリコンと炭素の反応焼結処理とシリコンの溶融含浸を同じ熱処理で行っても良く、炭素化を含めた全ての熱処理を同じ熱処理で行っても良い。なお、本発明法において用いるシリコン粉末と樹脂からの炭素との混合の割合は、シリコンと炭素との原子比がSi/C=0.05～4になるように選ぶのが望ましい。

#### 【0015】

【実施例】次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によって何ら限定されるものではない。

【0016】〔実施例1〕フェノール樹脂の炭素化によ

る炭素とシリコンとの原子比が5:4になる割合にフェノール樹脂とシリコン粉末を設定して、エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さくするために1日間ボールミル混合し、段ボールに含浸後、乾燥させた。次に、この段ボールをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成して炭素化した。得られた炭素質多孔体を真空中、1450℃、1時間で反応焼結とシリコン溶融含浸を同時に行い、段ボール形状の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を得た。段ボールは炭素化の際に収縮し、最終的には縦横方向で約91%と97%、厚さは90%程度になり、僅かに小さくなったが、成形したままの形状を保持するばかりでなく、加工に耐えるに十分な強度を有していた。

【0017】【実施例2】フェノール樹脂の炭素化による炭素とシリコンとの原子比が5:2になる割合にフェノール樹脂とシリコン粉末を設定し、エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さくするために1日間ボールミル混合し、段ボールに含浸後、乾燥させた。この段ボールを実施例1と同様な炭素化、反応焼結、シリコンの溶融含浸処理を行って、段ボール形状の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を得た。段ボールは炭素化の際に収縮し、最終的には、縦横方向で約87%と90%、厚さは88%程度になり、僅かに小さくなったが、成形したままの形状を保持するばかりでなく、加工に耐えるに十分な強度を有していた。

【0018】【実施例3】フェノール樹脂の炭素化による炭素とシリコンとの原子比が5:2になる割合にフェノール樹脂とシリコン粉末を設定し、シリコンと同重量の炭化ケイ素粉末を加えて、エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さくするために1日間ボールミル混合し、段ボールに含浸後、乾燥させた。この段ボールを実施例1と同様な炭素化、反応焼結、シリコンの溶融含浸処理を行って、段ボール形状の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を得た。段ボールは炭素化の際に収縮し、最終的には

縦横方向で93%と99%、厚さは92%程度になり、僅かに小さくなったが、成形したままの形状を保持するばかりでなく、加工に耐えるに十分な強度を有していた。

【0019】【比較例1】段ボールのみを実施例1と同様にして炭素化し、反応焼結、シリコンの溶融含浸処理を行って、縮んだ段ボール形状の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を得た。段ボールは炭素化の際に大きく収縮し、最終的には縦横方向で約78%と76%、厚さは48%程度になった。この段ボールのみを炭素化した場合は、炭素化後の強度が低く、加工するのは困難であった。

【0020】【比較例2】エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解して、段ボールに含浸後、乾燥させた。この段ボールを実施例1と同様な炭素化、反応焼結、シリコンの溶融含浸処理を行ったが、シリコンの溶融含浸はチョーキングが生じて出来なかった。

【0021】【比較例3】フェノール樹脂の炭素化による炭素と炭化ケイ素粉末との重量比が8:5になる割合に、フェノール樹脂と炭化ケイ素粉末を設定し、エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、混合するために3時間ボールミル混合し、段ボールに含浸後、乾燥させた。この段ボールを実施例1と同様な炭素化、反応焼結、シリコンの溶融含浸処理を行ったが、シリコンの溶融含浸は不均一となった。

【0022】

【発明の効果】以上に詳述した本発明の炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材の製造方法によれば、段ボール等の多孔質構造体の骨格部上に、フェノール樹脂とシリコン粉末を塗布し、反応焼結を利用して溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素と開気孔を生成せしめ、この部分にシリコンを溶融含浸させることにより、最初の多孔質構造体の形状を保持させたままの炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を製造することができ、そのため、複雑な形状のものでも容易に製造することができ、高温構造部材、熱交換器、断熱材、高温用フィルター、炉内部材等の多くの用途に利用することができる。

## 「発明の目的」

本発明の目的は、炭素源を含有するハニカム成形体を溶融珪素もしくは珪素蒸気 접촉させてなる炭化珪素質ハニカム構造体の製造法において、珪素化焼成時の歪みを抑え、さらには残留珪素による中空部の閉塞傾向を防止して、熱伝導率および耐熱性の高いハニカム構造体を得ることのできる炭化珪素質ハニカム構造体の製造法を提供することにある。

## 「発明の概要」

本発明は、炭素源を含有するハニカム成形体を溶融珪素もしくは珪素蒸気接触させてなる炭化珪素質ハニカム構造体の製造法において、前記ハニカム成形体をその通気路が上下方向になるようにして前記溶融珪素もしくは珪素蒸気に接触させることを特徴とする。

この方法によれば、炭素源を含有するハニカム成形体を、溶融珪素もしくは珪素蒸気に接触させることにより、反応焼結させてハニカム成形体を炭化珪素化させる。その際、通気路を、最も圧縮

## (実施例1)

第1図に示すように、フェノール樹脂などの熱硬化性で炭素率の大きい有機バインダーを含浸したPAN系の炭素繊維シートをサインカーブ断面を有する波板11および平板12に所定寸法で成形し硬化する。このような波板11と平板12を所定枚数交互に積層して接合し、ハニカム成形体を得る。接合には例えば炭化珪素粉末とフェノール樹脂を混ぜたペーストが使用できる。

また、あらかじめ波板11および平板12に所要の挿通孔を設けておき、得られたハニカム成形体に波板11および平板12をいずれも貫通するように一本または二本以上のパイプを挿通してなるハニカム成形体であってもよい。この場合、パイプと積層体とは必要に応じて同様のペーストで接合してもよい。使用するパイプとしては未焼成または焼成済みの反応焼結炭化珪素質のパイプなどが望ましい。

また、ハニカム成形体は、第2図に示すように炭素粉末と炭化珪素粉末の混合物にメチルセル

強度の大きい上下方向とすることでハニカム成形体の歪みは最小となり、かつ余分な珪素は上下方向とされた通気路壁を伝って下方に滴下、流下するので、ハニカム成形体を構成する薄板の接合部分や谷部に余分な珪素は溜らず、したがって、珪素のロスを最小限に押えることができ、通気路の狭小化、閉塞傾向も防止できる。このようにして得られたハニカム構造体は、熱伝導率が高く、高温耐熱性を有し、熱交換器や加熱炉などの分野において利用価値の高いものである。

本発明でいうハニカム成形体に含有される炭素源は炭素であることが好ましいが、有機炭素化合物、無機炭素化合物あるいはこれらと炭素との混合物であってもよい。また得られるハニカム構造体は主として炭化珪素からなるが、これと金属珪素およびまたは炭素分が併存するものであってもよい。

## 「発明の実施例」

以下に、本発明を実施例によってさらに詳細に説明する。

ローズとフェノール樹脂などの有機バインダーを混練したものを押出成形することによって得られるものでもよい。

これらのハニカム成形体にあつては、形成された通気路13はすべて相互に平行に走行してなっている。得られたハニカム成形体を非酸化性雰囲気中で所定温度で仮焼すると、有機バインダーが熱分解されて多孔質化し、一部は炭素化する。

次に、このようなハニカム成形体を、図に示すように通気路13が上下方向に向くようにして、その下部の一部を1500~1800℃に加熱された溶融金属珪素と接触させる。この場合、ハニカム成形体の下部を直接に溶融金属珪素浴に浸漬してもよいが、好ましくは、多孔質の炭化珪素製の支柱と合のしにハニカム成形体を載置し、この支柱の下部を溶融金属珪素浴に浸漬する。

金属珪素は、多孔質の支柱やハニカム成形体の中を毛細管現象により昇っていき炭素分を珪素化すると同時に多孔質のハニカム成形体の全体に含浸される。珪素は冷却して液相から固相にかわる

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-123067

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 04 B 35/56識別記号  
1 0 1庁内整理番号  
N-7158-4G

④ 公開 昭和62年(1987)6月4日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 炭化珪素質ハニカム構造体の製造法

⑮ 特 願 昭60-261443

⑯ 出 願 昭60(1985)11月22日

⑰ 発 明 者 遠 藤 康 彦 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号 旭硝子株式会社内  
⑱ 発 明 者 鈴 木 克 義 高砂市伊保町梅井801番地の6 旭硝子株式会社高砂工場  
⑲ 発 明 者 沼 田 秀 二 高砂市伊保町梅井801番地の6 旭硝子株式会社高砂工場  
⑳ 出 願 人 旭 硝 子 株 式 会 社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号  
㉑ 代 理 人 弁 理 士 内 田 明 外2名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

炭化珪素質ハニカム構造体の製造法

## 2. 特許請求の範囲

炭素質を含有するハニカム成形体を溶融珪素もしくは珪素蒸気と接触させてなる炭化珪素質ハニカム構造体の製造法において、前記ハニカム成形体をその通気路が上下方向になるようにして前記溶融珪素もしくは珪素蒸気と接触させることを特徴とする炭化珪素質ハニカム構造体の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 「技術分野」

本発明は、例えば熱交換器、加熱炉等の耐熱性を要求される分野で利用される炭化珪素質ハニカム構造体の製造法に関する。

## 「従来技術およびその問題点」

従来、この種のハニカム構造体の製造法としては、特開昭49-16711号に示されたものがある。この製造法は、有機質の薄膜材料を積層して所望の形状寸法のハニカム状に成形し、これを中性また

は還元性の雰囲気炉内で炭素化するまで焼成した後、さらに同様の雰囲気の下で珪素ガス雰囲気中で1600℃ないし2400℃の高温で加熱して、この炭素質構造体を珪素と反応させる、いわゆる反応焼結法によって炭化珪素質化させてハニカム状の炭化珪素質構造体を得るというものである。

また特開昭60-58847号には、炭素質を含有する偏平シートおよび炭素質を含有する被板シートを重ね合わせて互いに結合硬化し、ついでコークス化し、ついで溶融珪素浴に浸してなる炭化珪素質ハニカム構造体の製造法が示されている。

しかしながら、上記製造法では、ハニカム状成形体はその通気路の向きを特定しないで珪素ガス雰囲気中に置かれたり溶融珪素浴に浸されたりして反応焼結された場合、その置き方によっては焼結時に成形体の下部が自重で曲ったり、傾いて変形などにゆがんだり、また、通気路として中空であるべき部分に珪素分などが残留し、中空部が狭くなったり閉塞したりするとともに珪素割のロスも大きいといった問題点が生じている。

時に体積が膨張するので固化に際して余った金属珪素は構造体の表面から投出してくるが、通気路が上下方向になっているので波板11と平板12との接合部分あるいは交差壁14に滞留することなく通気路13内壁を伝わって下方に流れる。

ハニカム構造体の下部に滞留する溶融珪素は台上に空間を設けたり、台に穴をあけ流下する通路を設けておくことにより滴下減少せしめることができるほか、得られたハニカム構造体を反応焼結炉から取り出した後、下部閉塞部を切断して除くこともできる。こうして溶融金属珪素と接触することにより、ハニカム成形体の炭素分のほとんどは反応して炭化珪素に変化する。またペーストをつけた接合部分も金属珪素により充填されて、炭素分が炭化珪素に変化し、強固に固着される。こうして所望の炭化珪素化した、かつ、気孔部には金属珪素が充填されたハニカム構造体がほとんど歪みなく得られる。

(実施例2)

実施例1と同様にして得られた炭素化したハニ

カム成形体を、同じく通気路13を上下方向に向くようにして、1700～2400℃の珪素蒸気雰囲気中に置く。これにより、焼成時の歪みもほとんどなくハニカム成形体の炭素分の多くは反応焼結され、この後溶融珪素中に投出することにより実施例1と同様な所望の炭化珪素化したハニカム構造体を得られる。

#### 「発明の効果」

以上説明したように、本発明の方法によれば、炭素源を含有するハニカム成形体をその通気路が上下方向に向くようにして溶融珪素あるいは珪素蒸気雰囲気中に接触させ、珪素をハニカム成形体の炭素分の多くと反応焼結させるようにしたので、得られるハニカム構造体にゆがみがほとんどなく、また積層による場合の接合部分あるいは押出成形による場合の交差壁に固化時の投出珪素の余分な滞留がなくなり、珪素ロスを最小限に押えることができる。また、成形体のほとんどの炭素分が炭化珪素化し、さらには気孔も珪素で充填されて、熱

伝導率が高く耐熱性にすぐれたハニカム構造体を得ることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

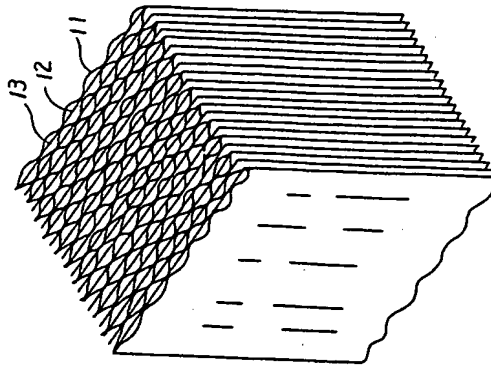
第1図は本発明の製造法に適用されるハニカム成形体の一態様を示す斜視図、第2図は本発明製造法に適用されるハニカム成形体の別の態様を示す斜視図である。

11…波板、12…平板、13…通気路 14…交差壁

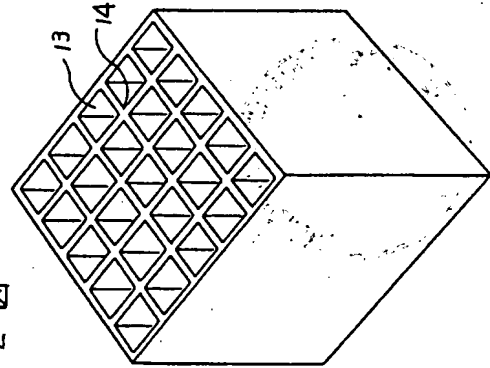
代理人 内 田 明  
代理人 萩 原 亮  
代理人 安 西 篤 夫

図面の浄面(内容に変更なし)

第 1 図



第 2 図



手続補正書(方式)

昭和61年 3月 4日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和60年特許願第261443号

2. 発明の名称

炭化珪素質ハニカム構造体の製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

名 称 (004) 旭硝子株式会社

4. 代理人

〒105

住 所 東京都港区虎ノ門一丁目16番2号

虎ノ門千代田ビル

氏 名 弁理士(7179) 内 田 明 外2名

5. 補正命令の日付

昭和61年 2月25日(発送日)

6. 補正により増加する発明の数 なし

7. 補正の対象

図 面

8. 補正の内容

図面の浄面(内容に変更なし)